

[First Hit](#)      [Previous Doc](#)      [Next Doc](#)      [Go to Doc#](#)

Generate Collection

Print

L1: Entry 1 of 2

File: EPAB

Jul 19, 2001

PUB-NO: DE010001493A1

DOCUMENT-IDENTIFIER: [DE 10001493 A1](#)

TITLE: Magnesium hydroxide recovery, for pharmaceuticals, neutralizing agent, adsorbent or flame retardant in plastics, involves separating colloidal impurities from concentrate by cross-flow membrane filtration before precipitation

PUBN-DATE: July 19, 2001

## ASSIGNEE-INFORMATION:

## NAME

SCHNEIDER MANFRED

FRINGS RECYCLING ANLAGEN GMBH

## COUNTRY

DE

DE

APPL-NO: DE10001493

APPL-DATE: January 15, 2000

PRIORITY-DATA: DE10001493A (January 15, 2000)

INT-CL (IPC): C01F 5/14; B01D 61/00

EUR-CL (EPC): C01F005/14 ; B01D061/16

## ABSTRACT:

CHG DATE=20020202 STATUS=O>Magnesium hydroxide (I) recovery from concentrated salt solutions (II) of specific density over 1.05, which also contain other precipitable impurities (III) comprises: (a) after pretreatment to convert (II) into a colloidal phase, cross-flow filtration through a membrane with a pore size  $\leq 30$  micro m, preferably 0.05-0.5 micro m, to separate the finely-divided material and concentrate (III) in the colloidal phase; and (b) precipitating (I) from the permeate.

[Previous Doc](#)[Next Doc](#)[Go to Doc#](#)

[First Hit](#)      [Previous Doc](#)      [Next Doc](#)      [Go to Doc#](#)**End of Result Set**☐ [Generate Collection](#) [Print](#)

L1: Entry 2 of 2

File: DWPI

Jul 19, 2001

DERWENT-ACC-NO: 2001-571450

DERWENT-WEEK: 200165

COPYRIGHT 2006 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Magnesium hydroxide recovery, for pharmaceuticals, neutralizing agent, adsorbent or flame retardant in plastics, involves separating colloidal impurities from concentrate by cross-flow membrane filtration before precipitation

## PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

FRINGS RECYCLING ANLAGEN GMBH &amp; CO KG

SCHNEIDER M

CODE

FRNG

SCHNI

PRIORITY-DATA: 2000DE-1001493 (January 15, 2000)

[Search Selected](#)[Search ALL](#)[Clear](#)

## PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> DE 10001493 A1	July 19, 2001		004	C01F005/14

## APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DATE	APPL-NO	DESCRIPTOR
DE 10001493A1	January 15, 2000	2000DE-1001493	

INT-CL (IPC): B01D 61/00; C01F 5/14

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 10001493A

## BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - Magnesium hydroxide (I) recovery from concentrated salt solutions (II) of specific density over 1.05, which also contain other precipitable impurities (III) comprises:

(a) after pretreatment to convert (II) into a colloidal phase, cross-flow filtration through a membrane with a pore size at most 30 micro m, preferably 0.05-0.5 micro m, to separate the finely-divided material and concentrate (III) in the colloidal phase; and

(b) precipitating (I) from the permeate.

USE - Magnesium hydroxide is used as a basic chemical material, e.g. in the pharmaceutical industry as pH regulator in stomach tablets, as neutralizing agent and adsorbent in many technical processes and also as flame retardant in the plastics industry.

ADVANTAGE - Magnesium hydroxide with a large surface area, which is the best product for marketing, can be obtained by basic precipitation from sea water, which contains about 0.5% magnesium, or salt deposits. However, the concentrates have a very high specific density and are much more viscous than sea water. Precipitation by increasing the pH to 11 causes problems, as sedimentation is very slow and other impurities are also precipitated. Cross-flow membrane

filtration make it possible to remove very fine particles cost-effectively, giving a solution from which very pure magnesium hydroxide can be precipitated. Purification by countercurrent lixiviation is very efficient and the water used can be produced by reverse osmosis and therefore largely recycled.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: MAGNESIUM HYDROXIDE RECOVER PHARMACEUTICAL AGENT ADSORB FLAME RETARD PLASTICS  
SEPARATE COLLOID IMPURE CONCENTRATE CROSS FLOW MEMBRANE FILTER PRECIPITATION

DERWENT-CLASS: A60 B06 E33

CPI-CODES: A08-F; B05-A01B; B11-B; B14-E01; E11-Q01; E34-B02;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M2 \*01\*  
Fragmentation Code  
A212 A940 C101 C108 C550 C730 C801 C802 C804 C805  
C807 M411 M424 M720 M740 M904 M905 M910 N104 N164  
P734 Q130 Q621  
Specific Compounds  
01509K 01509T 01509P  
Registry Numbers  
1509P 1509U

Chemical Indexing M3 \*01\*  
Fragmentation Code  
A212 A940 C101 C108 C550 C730 C801 C802 C804 C805  
C807 M411 M424 M720 M740 M904 M905 M910 N104 N164  
P734 Q130 Q621  
Specific Compounds  
01509K 01509T 01509P  
Registry Numbers  
1509P 1509U

UNLINKED-DERWENT-REGISTRY-NUMBERS: 1509P ; 1509U

ENHANCED-POLYMER-INDEXING:  
Polymer Index [1.1] 018 ; P0000 Polymer Index [1.2] 018 ; ND04 ; B9999 B4239 Polymer Index  
[1.3] 018 ; R01509 D00 D67 F21 H\* Mg 2A O\* 6A ; A999 A248\*R ; A999 A759 ; N9999 N6848 N6655 ;  
N9999 N6702 N6655 ; N9999 N6804\*R N6655

SECONDARY-ACC-NO:  
CPI Secondary Accession Numbers: C2001-170145

[Previous Doc](#)

[Next Doc](#)

[Go to Doc#](#)



⑮ **BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 100 01 493 A 1**

⑤ Int. Cl. 7:  
**C 01 F 5/14**  
B 01 D 61/00

⑲ Aktenzeichen: 100 01 493.3  
⑳ Anmeldetag: 15. 1. 2000  
㉑ Offenlegungstag: 19. 7. 2001

**DE 100 01 493 A 1**

⑦ Anmelder:

Schneider, Manfred, Dipl.-Ing., 66115 Saarbrücken,  
DE; Frings Recycling-Anlagen GmbH & Co. KG,  
53115 Bonn, DE

⑧ Erfinder:

Erfinder wird später genannt werden

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑤④ Gewinnung von Magnesiumhydroxid aus konzentrierten Salzlösungen

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Herstellen von Magnesiumhydroxid aus konzentrierten und kontaminierten Salzlösungen wie z. B. aus den Abwässern der Abraumhalden von Salzbergwerken. Auf diesen Halden werden häufig auch andere anorganische Stoffe gelagert, die aus dem Umfeld der Salzproduktion anfallen. Teilweise führen diese dazu, daß die Abwässer Schwermetalle enthalten, die aus den Abwässern vor einer Einleitung entfernt werden müssen. Da diese Abwässer in der Regel hochkonzentrierte Alkalisalzlaken sind, die neben Alkalien im wesentlichen noch Magnesium und geringe Mengen an Calcium enthalten, ist eine einfache Fällung der Schwermetalle aus dieser Lake technisch sehr schwierig, da aufgrund der hohen spez. Dichte dieser Salzlösungen eine Sedimentation der gefällten Schwermetalle nur sehr unvollkommen und langsam gelingt. Über eine geeignete Membrantechnik ist eine Separation dieser gefällten Schwermetalle jedoch problemlos möglich. Die so erhaltenen Permeate eignen sich in hervorragender Weise zur Herstellung von hochwertigem Magnesiumhydroxid Qualitäten.

**DE 100 01 493 A 1**

## Beschreibung

Magnesiumhydroxid ist ein in vielfältiger Weise zu verwendender chemischer Grundstoff. So wird er es z. B. in der pharmazeutischen Industrie als pH-Regulativ in Magentabletten eingesetzt oder als Neutralisations- und Adsorptionsmittel in vielen technischen Verfahren in großem Umfang benötigt. Neuere Entwicklungen haben dazu geführt, daß Magnesiumhydroxid auch als Flammenschutzmittel in der Kunststoffindustrie größere Verwendung findet. Hierbei sind diejenigen Magnesiumhydroxide mit einer grossen Oberfläche die kommerziell am besten zu vermarktenden Produkte. Typischerweise werden solche Qualitäten durch die basische Fällung von Magnesium aus Meerwasser gewonnen, welches im Mittel etwa 0,5% Magnesium enthält.

Die vorliegende Erfindung betrifft nun ein Verfahren, mit der diese Fällung sozusagen aus "Meerwasserkonzentraten" sehr effizient und kostengünstig erzielt werden kann.

Salzlagerstätten haben ihren Ursprung in der Regel an Stätten, die in der Erdfrühzeit von Meeren bedeckt waren. Durch Abdunstung dieser Meere in der Vergangenheit sind die eigentlichen Salzlagerstätten entstanden. Durch den heutigen Salzbergbau werden diese Lagerstätten abgebaut, wobei ein großer Teil des zutage gefördert Materials nach der Aufbereitung des zu gewinnenden Salzes auf sogenannten Abraumbalden gelagert wird. Durch Regen werden aus diesen Abraumbalden stets Salze herausgelöst, die in Form von konzentrierten Salzlösungen die Halden verfließen.

Eine Ausfällung der Magnesiumanteile aus diesen Salzkonzentraten ist durch eine Anhebung des pH-Wertes auf Werte um 11 problemlos möglich. Aufgrund der sehr hohen spez. Dichte solcher Salzlösungen und der gegenüber normalem Meerwasser stark erhöhten Viskosität ist es jedoch mit Schwierigkeiten verbunden, diese Präzipitate zu separieren: In Klärern resultieren sehr hohe Verweilzeiten und nur geringe Aufkonzentrationen, in normalen Filterstrecken führen die so gewonnenen Präzipitate zu einer sehr schnellen Verblockung der eingesetzten Filterstrecken.

Diese Problematik wird dann verstärkt, wenn z. B. in den konzentrierten Salzlösungen neben Magnesium noch andere im alkalischen Medium fällbare Stoffe vorhanden sind, die eine Vermarktung des gewonnenen Magnesiumhydroxides stören können, da sie zu dessen Verunreinigung führen. Hier sind insbesondere Schwermetalle zu nennen, die vor der eigentlichen Fällung des Magnesiums entfernt werden müssen. Die Elimination solcher Stoffe ist dann mit ähnlichen Schwierigkeiten verbunden, wie die Entfernung des gefällten Magnesiumhydroxides:

Aufgrund der hohen Dichte und im Vergleich zu Wasser hohen Viskosität der konzentrierten Salzlösung, aus der gefällt werden soll, resultieren nur sehr geringe Sedimentationsgeschwindigkeiten, da zum einen die durch Fällreaktionen gebildeten Partikel in viskosen Lösungen stets kleiner sind als in niedrigviskosen und zum anderen aufgrund der geringeren Dichteunterschiede zwischen Partikel und Lösung ohnehin geringere Sedimentationsgeschwindigkeiten resultieren würden.

Man kann dies umgehen, indem man Flockungshilfsmittel einsetzt oder zur beschleunigten Absetzung Zentrifugalfelder benutzt. Der Einsatz von Flockungshilfsmitteln ist problematisch, da diese in der Regel nicht vollständig umgesetzt werden und somit zu einer Verunreinigung des anschließend zu gewinnenden Magnesiumhydroxides führen würden. Der Einsatz von Zentrifugen ist teuer und technisch nicht immer zuverlässig, da insbesondere bei kontinuierlich betriebenen Zentrifugen ein Resttrübeanteil bei wechselnden Betriebsbedingungen nie ganz ausgeschlossen werden kann.

Die hier beschriebene Erfindung ist nun geeignet, diese Schwierigkeiten elegant und wirtschaftlich sehr attraktiv zu lösen:

Erfindungsgemäßer Hintergrund war zunächst, daß die Diffusionskoeffizienten reziprok von der Viskosität einer Lösung abhängen. Sollen sich also in einer Lösung durch irgendwie geartete Reaktionen Partikel bilden, so wird das Partikelwachstum umso längere Zeit benötigen, je viskoser die Lösung ist. Gegenüber niedrigviskosen Lösungen resultieren also bei gleicher Reaktionszeit geringere Partikelgrößen, welche dann auch entsprechend niedrigere Sedimentationsgeschwindigkeiten aufweisen. Hieraus resultiert, daß eine Abtrennung dieser Partikel aus solchen Lösungen zum einen verlängerte Reaktionszeiten erfordern, zum anderen sind z. T. extrem lange Abscheidezeiten erforderlich.

Die Aufgabe, aus konzentrierten Salzlösungen Partikelschwärme sehr kleiner Korngrößen im industriell vertretbaren und damit wirtschaftlichen Rahmen abzuscheiden um anschließend aus der partikelfreien Lösung einen Wertstoff in hochreiner Form abzuscheiden (hier Magnesiumhydroxid), ist daher folgendermassen gelöst worden:

Nach einer Konditionierung, die dazu führt, daß störende gelöste Stoffe in der konzentrierten Salzlösung einer Partikelbildung unterworfen werden (beispielsweise durch Anheben des pH-Wertes auf Werte, die eine Ausfällung als Hydroxid ermöglichen oder durch sulfidische Fällung) wird der Lösung in nachgeschalteten Reaktionsrohren oder Verweilbehältern die Möglichkeit gegeben bis zur Partikelbildung (Einstellung der Trübe) abzureagieren. Diese kleinsten Trübeartikel bilden sich im allgemeinen sehr rasch, insbesondere dann, wenn die zur Konditionierung zugefügten Reagentien unter turbulenten Bedingungen zugegeben werden.

Um nun eine schnelle Abtrennung der Trübeartikel zu erzielen, ist ein Abtrennsystem auf Basis der Querstromfiltration vorgesehen worden.

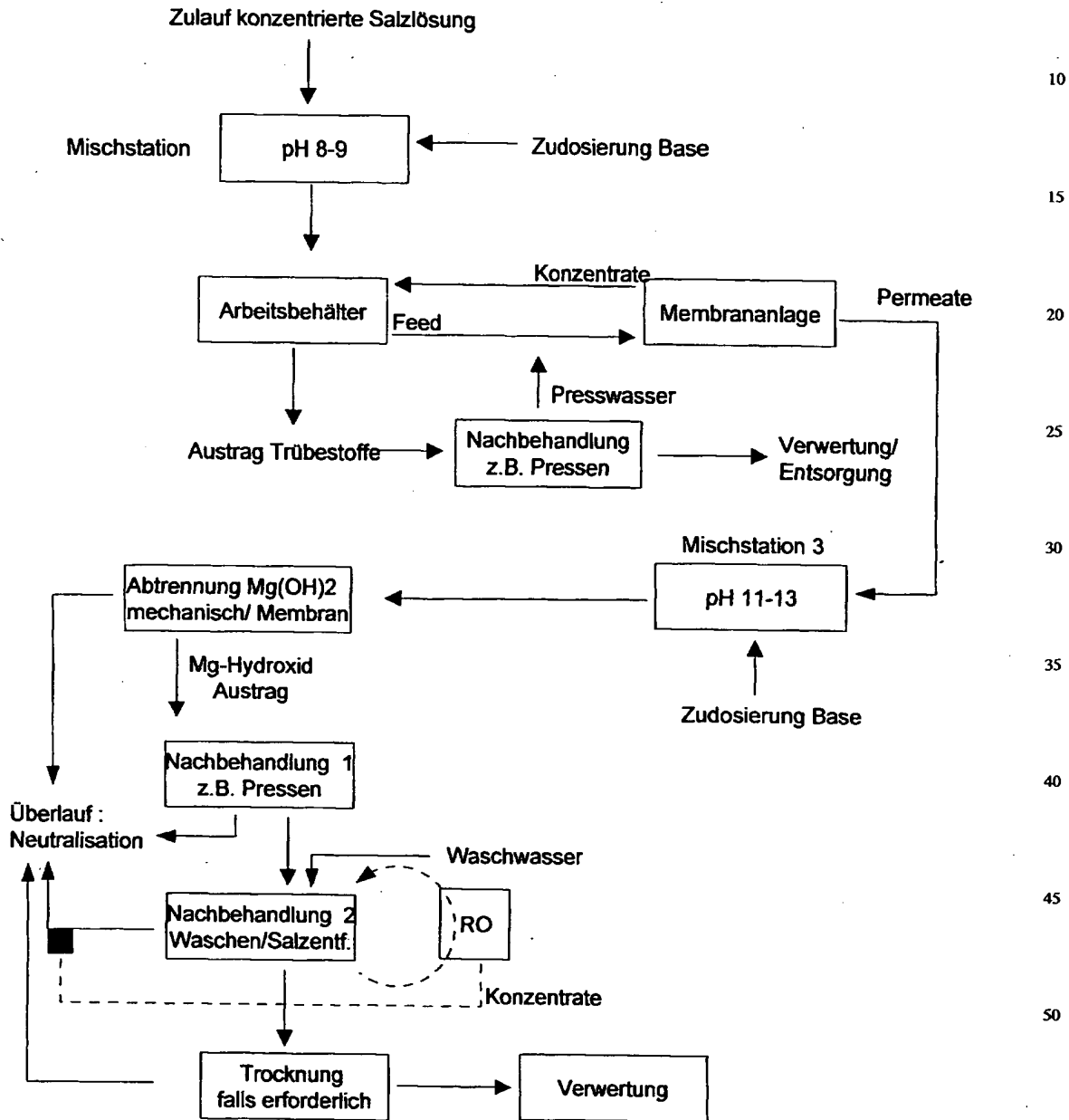
Hintergrund hierbei war, daß die erzeugten Trübeartikel unter den Bedingungen der Querstromfiltration aufgrund der hierbei auftretenden Turbulenzen überwiegend im Strömungskern transportiert werden. Hierdurch gelingt es zunächst, die Partikelkonzentration im Bereich des Strömungskerns zu erhöhen, wodurch sich eher größere Konglomerate entwickeln können. Die Porengröße des Querstromfiltermediums wurde dann so gewählt, daß die gebildeten Partikel nicht passieren können. Die gewählte Porengröße des Querstromfiltermediums ist hierbei abhängig von der Reaktionszeit, die zuvor in der konzentrierten Salzlösung realisiert wurde. Im allgemeinen wurden Membranen zwischen 0,05 und 30 Mikrometern eingesetzt. Die durch diese Querstromfiltration gewonnenen Permeate waren alle durchweg trübefrei, da die Trübeartikel selbst im Konzentratkreislauf der Querstromfiltration verbleiben.

Aus den so gewonnenen Permeaten, die neben der Grundsatzfracht nun nur noch den zu gewinnenden Wertstoff (hier Magnesium) enthalten, kann dieser nun in sehr hoher Reinheit abgeschieden werden. Dies erfolgt im Falle von Magnesium einfach dadurch, daß der pH-Wert auf Werte um 11 angehoben wird, wobei nun Magnesium quantitativ ausfällt. Werden Membranen mit einer Porengröße kleiner 0,2  $\mu$  eingesetzt, sind die so erzeugten Permeate keimfrei, wodurch ein nahezu unbegrenztes Einsatzspektrum für das Magnesiumhydroxid resultiert, welches aus den Permeaten gewonnen

wurde.

Die Abscheidung des so gefällten Magnesiumhydroxides ist nun recht einfach über eine weitere Membran möglich. Ist der Anteil an fällbarem Wertstoff jedoch hoch (ab ca. 0.5%) können auch andere Trennmethode eingesetzt werden, da aufgrund des hohen Anteils nun eine massive Festkörperabscheidung erfolgt.

Die folgende Skizze gibt diese Verhältnisse am Beispiel der Fällung von Magnesiumhydroxid aus konzentrierten und kontaminierten Salzlösungen wieder:



Abhängig vom Einsatzzweck, dem das gewonnene Magnesiumhydroxid zugeführt werden soll, ist es noch erforderlich, die im Präzipitat enthaltenen löslichen Salze zu entfernen. Dies erfolgt zweckmässigerweise durch Auslaugen mit Wasser, welches zum Erreichen von sehr reinen Qualitäten zweckmässigerweise deionisiert ist. Dies kann wirtschaftlich sehr effizient durch eine Gegenstromauslaugung erfolgen, bei der das erforderliche Washwasser mit einer Umkehrosmose erzeugt wird und somit zum größten Teil im Kreislauf geführt wird.

#### Ausführungsbeispiel

1000 Liter einer konzentrierten Salzlösung, die im wesentlichen aus Natriumionen, Kaliumionen und Chloridionen, sowie mit den Nebenbestandteilen Magnesium, Calcium und Sulfationen bestand und mit einigen ppm an Blei, Arsen, Cadmium, Zink, Chrom und Kupfer versehen war, wurde auf einen pH Wert von 8.8 eingestellt, wodurch die Schwermetallionen als Hydroxide Trübestoffen bildeten. Die so gewonnene Lösung wurde über eine Tubularmembran mit einer Porenweite von 0.1 µ gefiltert. Das so gewonnene Permeat war schwermetallfrei. Durch Anheben des pH Wertes auf 11,5

konnte das gesamte, gelöste Magnesiumhydroxid (8 g/l) gefällt werden. Nach einer Gegenstromwäsche mit demineralisiertem Wasser, welches über eine Umkehrosmose weitgehend im Kreislauf geführt wurde, konnte ein hochreines Magnesiumhydroxid gewonnen werden, welches sich sowohl für die Pastenherstellung als auch zur Herstellung von trockenen Magnesiumhydroxid Pulvern bestens eignete.

5

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von Magnesiumhydroxid aus konzentrierten Salzlösungen, welche neben Magnesium noch andere fällbare Fremdstoffe enthalten, **dadurch gekennzeichnet**, daß aus diesen Salzlösungen nach einer Vorbehandlung, in der andere fällbare Stoffe in eine kolloidale Phase überführt wurden, eine Membran geschaltet wird, mit welcher diese erzeugten fein verteilten Trübestoffe abgeschieden werden, um anschließend aus den so gewonnenen Permeaten über eine Fällung Magnesiumhydroxid zu gewinnen. Die zum Einsatz gelangenden Abscheidemembranen zum Ausschleusen der ebenfalls fällbaren Stoffe weisen hier Porenweiten von bis zu 30 Mikrometer auf, vorzugsweise im Bereich von 0.05 bis 0.5 Mikrometern, werden nach dem Prinzip der Crossflowfiltration angeströmt und dienen der Aufkonzentration der zuvor in die kolloidale Phase überführten Fremdstoffe. Konzentrierte Salzlösungen im Sinne dieser Ansprüche sind hierbei wässrige Salzlösungen, deren spez. Dichten 1.05 überschreiten.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das anschließend aus dem Permeat gefällte Magnesiumhydroxid über eine kontinuierliche Gegenstromauslaugung mit Wasser von anderen löslichen Stoffen gereinigt wird, wobei dieses Wasser vorzugsweise über eine Umkehrosmose aufgearbeitet wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das aus dem Permeat gefällte Magnesiumhydroxid mit Prozeßwasser, welches vorzugsweise über eine Umkehrosmose gewonnen wurde diskontinuierlich von anderen löslichen Stoffen gereinigt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, wenn andere Stoffe als Magnesiumhydroxid aus den konzentrierten Salzlösungen gewonnen werden können und die beschriebene Technik hier eingesetzt wird.

30

35

40

45

50

55

60

65